LTORGANISATION FÜR GEISTIGES EIGENTU:

Internationales Buro

INTERNATIONALE ANMELDUNG VERÖFFENTLICHT NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)

(51) Internationale Patentklassifikation 5:

(11) Internationale Veröffentlichungsnummer:

(43) Internationales

D06M 15/263, 13/224

Veröffentlichungsdatum:

10. Dezember 1992 (10.12.92)

WO 92/21809

(21) Internationales Aktenzeichen:

PCT/EP92/01121 |

A1

(22) Internationales Anmeldedatum:

20. Mai 1992 (20.05.92)

(30) Prioritätsdaten:

P 41 17 670.7 P 42 01 978.8

29. Mai 1991 (29.05.91) DE 25. Januar 1992 (25.01.92) DE

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten ausser US): HEN-KEL KÕMMANDITGESELLSCHAFT AUF AKTIEN [DE/DE]; Henkelstraße 67, D-4000 Düsseldorf 13 (DE).

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US) : BECKER, Wolfgang [DE/ DE]; Nordstraße 176, D-4050 Mönchengladbach 2 (DE). MATHIS, Raymond [FR/DE]; Sandstraße 12, D-4000 Düsseldorf (DE). EICKEN, Ulrich [DE/DE]; Gilleshütte 39c, D-4052 Korschenbroich (DE). ROBRAHN, Karin [DE/DE]; Große Furth 31, D-4020 Mettman (DE). STAPPER-DRUYEN, Silvia [DE/DE]; Steinmetzstraße 23, D-4050 Mönchengladbach 1 (DE).

(74) Gemeinsamer Vertreter: HENKEL KOMMANDITGE-SELLSCHAFT AUF AKTIEN; TFP/Patentabteilung, Postfach 10 11 00, D-4000 Düsseldorf 1 (DE).

(81) Bestimmungsstaaten: AT (europäisches Patent), AU, BE (europäisches Patent), BR, CA, CH (europäisches Patent), DE (europäisches Patent), DK (europäisches Patent), ES (europäisches Patent), FR (europäisches Patent) tent), GB (europäisches Patent), GR (europäisches Patent), IT (europäisches Patent), JP, LU (europäisches Patent), MC (europäisches Patent), NL (europäisches Patent), SE (europäisches Patent), US.

Veröffentlicht

Mit internationalem Recherchenbericht. Vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche zugelassenen Frist. Veröffentlichung wird wiederholt falls Änderungen eintreffen.

(54) Title: FATTY ACID METHYL ESTERS IN OILING AGENTS FOR USE IN CARDED-YARN SPINNING

(54) Bezeichnung: FETTSÄUREMETHYLESTER IN SCHMÄLZMITTELN FÜR STREICHGARNSPINNEREI

(57) Abstract

The invention concerns the use of C₈₋₂₂ fatty acid methyl esters in oiling agents for carded-yarn spinning, a method of oiling textile fibres intended for the manufacture of carded yarn, and oiling agents containing $C_{8.22}$ fatty acid methyl esters and (meth)acrylates with limiting viscosities less than 400 ml·g-1, measured at 20 °C in tetrahydrofuran.

(57) Zusammenfassung

Die Erfindung betrifft die Verwendung von C₈₋₂₂-Fettsäuremethylestern in Schmälzmitteln für die Streichgarnspinnerei, ein Verfahren zum Schmälzen von Textilfasern zur Herstellung von Streichgarnen und Schmälzmittel enthaltend C₈₋₂₂-Fettsäuremethylester und (Meth)Acrylate mit Grenzviskositäten unter 400 ml·g⁻¹, gemessen bei 20 °C in Tetrahydrofu-

LEDIGLICH ZUR INFORMATION

Code, die zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

ΑT	Osterreich	FI	Finaland	MN	Mongolei
AU	Australien	FR	Frankreich	MR	Mauritanien
BB	Barhudos	GA	Gabon	MW	Malawi
BE	Belgien	GB	Vereinigtes Königreich	NL	Niederlande
BF	Burkina Faso	GN	Guinea	NO	Norwegen
BG	Bulgarien	GR	Griechenland	PL	Polen
BJ	Benin	HU	Ungarn	RO	Rumänien
BR	Brasilien	ΙE	Irland	RU	Russische Föderation
CA	Kanada	IT.	Italien	S D	Sudan
CF	Zentrale Afrikanische Republik	JP	Japan	SE	Schweden
CG	Kongo	KP	Demokratische Volksrepublik Korea	SN	Senegal
CH	Schweiz	KR	Republik Korea	su	Soviet Union
CI	Côte d'Ivoire	LI	Liechtenstein	TD	Tschad
		LK	Sri Lanka	TG	Togo
CM	Kainerun	LU	Luxemburg	US	Vereinigte Staaten von Amerika
CS	Tschechoslowakei		Monaco		· ·
DE*	Deutschland	MC			
DK	Dänemark	MG	Madagaskar		
ES	Spanien	MI	Mali		

WO 92/21809 PCT/EP92/01121

"Fettsäuremethylester in Schmälzmitteln für Streichgarnspinnerei"

Die Erfindung betrifft die Verwendung von C_8 - C_{22} -Fettsäuremethylestern als Glättemittel in Schmälzmitteln für die Streichgarnspinnerei und ein Verfahren zum Schmälzen von Textilfasern zur Herstellung von Streichgarn. Desweiteren betrifft die Erfindung Schmälzmittel enthaltend C_8 - C_{22} -Fettsäuremethylester und Homo- und/oder Mischpolymere von Estern der Acrylsäure und/oder Methacrylsäure mit Grenzviskositäten [eta] unter 400 ml·g-1 in Mengen von 0,05 bis 10 Gew.-% - bezogen auf Schmälzmittel.

Textilfasern, die zu Streichgarnen verarbeitet werden, werden vor dem Spinnen einem Krempelprozeß unterworfen. Während des Krempelns, das der Parallelisierung der Fasern sowie der Herstellung eines Faserverbandes dient, werden die Textilfasern mechanisch sehr stark beansprucht. Zur Vermeidung von Faserschädigung infolge einer hohen Reibung zwischen Fasern und Metalloberflächen (Faser/Metall-Reibung) sowie zur Erzielung einer optimalen Reibung der einzelnen Fasern untereinander (Faser/Faser-Reibung) werden daher die Textilfasern vor dem Krempeln mit einem Glättemittel enthaltenden Schmälzmittel behandelt. Schmälzmittel enthalten Glättemittel zur Vermeidung von Faserschädigung und Emulgatoren, damit sie als Emulsion appliziert werden können, sowie ggf. weitere Additive. In vielen Fällen werden Schmälzmittel mit Kohlenwasserstoffen als Glättemittel eingesetzt. Da diese Glättemittel biologisch schwer abbaubar sind, werden sie mehr und mehr durch gut abbaubare Glättemittel für Schmälzmittel, beispielsweise

- 2 **-**

durch Fettsäureester, ersetzt (Textil Praxis International 1984 (8), 748-758).

Neben einer guten biologischen Abbaubarkeit ist ein gutes Spreitvermögen des Glätte- und Schmälzmittels auf der Faser unerläßlich. Schmälzmittel mit iso-Butylstearat oder 2-Ethylhexylstearat als Glättemittel sind zwar biologisch gut abbaubar, besitzen jedoch auf der Faser ein nicht zufriedenstellendes Spreitvermögen und damit verbunden keine optimale Faser/Faser- und Faser/Metall-Reibung während der Streichgarnherstellung.

Aufgabe der Erfindung bestand somit in der Entwicklung eines Schmälzmittels für die Streichgarnspinnerei, das neben einer guten biologischen Abbaubarkeit ein hervorragendes Spreitvermögen auf der Faser besitzt.

Es wurde gefunden, daß die an das zu entwickelnde Schmälzmittel gestellten Anforderungen erfüllt werden, wenn C_{8-22} -Fettsäuremethylester als Glättemittel in Schmälzmitteln eingesetzt werden.

Gegenstand der Erfindung ist dementsprechend die Verwendung eines oder mehrerer C_{8-22} -Fettsäuremethylester als Glättemittel in Schmälzmitteln für die Streichgarnspinnerei.

Die erfindungsgemäß verwendeten Fettsäuremethylester sind handelsübliche Produkte, die durch die an sich bekannte Veresterung der freien Fettsäure oder durch Umesterung von Fettsäuretriglyceriden mit Methanol meist in Gegenwart von sauren Katalysatoren hergestellt werden. Bevorzugt im Sinne der Erfindung werden Fettsäuremethylester, die durch Umesterung der natürlichen Triglyceride wie Kokosöl, Sojaöl, Rüböl, Sonnenblumenöl, Palmöl und Talgfett hergestellt worden sind. Die dabei anfallenden Methylester können ohne weitere Aufbereitung, nach destillativer Aufbereitung oder auch nach Hydrierung der ungesättigten Anteile verwendet werden. Demnach können

Methylester von ungesättigten und/oder gesättigten Fettsäuren, vorzugsweise von Fettsäuren mit 12 bis 22 C-Atomen, wie Lauryl-, Öl-, Stearin-, Behenyl-, Linol-und/oder Linolensäure, verwendet werden.

Die Fettsäuremethylester werden in den Schmälzmitteln für die Streichgarnherstellung bevorzugt in Mengen von 50 bis 95, vorzugsweise 60 bis 90 Gew.-% verwendet.

Als weitere Bestandteile können die erfindungsgemäßen Schmälzmittel Emulgatoren, Additive wie Korrosionsschutzmittel, Antistatika, Haftvermittler, Bakterizide, Antioxidantien, pH-Wert-Regulantien und Viskositätsverbesserer enthalten.

Als Emulgatoren eignen sich nichtionische, anionische und kationische Emulgatoren, beispielsweise Partialester von Di- und/oder Triglycerin, wie Triglycerinmonooleat, alkoxylierte, vorzugsweise ethoxylierte und/oder propoxylierte Fette, Öle, C_{8-22} -Fettsäuren, C_{8-22} -Fettalkohole und/oder C_{8-22} -Fettsäuremono- und/oder diethanolamide, wie gegebenenfalls ethoxylierte Ölsäuremono- oder diethanolamid, alkoxylierte, vorzugsweise ethoxylierte C_{8-22} -Fettsäuren, deren OH-Gruppe durch eine C_{1-4} -Alkoxygruppe ersetzt ist, Alkali- und/oder Ammoniumsalze von C_{8-22} -Alkylsulfonaten, Alkali- und/oder Ammoniumsalze von C_{8-22} -Alkylsulfosuccinaten, wie Natriumdioctylsulfosuccinat, und/oder Aminoxide, wie Dimethyldodecylaminoxid.

Als Viskositätsanhebung, d. h. zur Erhöhung der Viskosität des Schmälzmittels, können prinzipiell Triglyceride wie das höherviskose Rüböl oder polymere Verbindungen eingesetzt werden. Aus der deutschen Patentschrift DE 39 36 975 sind Spulöle bekannt, die zur Verhinderung der Abspritzneigung des Spulöls Fettalkoholpolymethacrylate enthalten. Aus der deutschen Offenlegungsschrift DE-A-39 24 160 sind Additive mit carboxylgruppenfreien Homo- und/oder Mischpolymere von Estern der Acrylsäure und/oder Methacryl-

BN8DOCID: <WO 9221809A1 | >

WO 92/21809 PCT/EP92/01121

- 4 -

säure mit Grenzviskositäten von wenigstens 300, bevorzugt 800 ml g⁻¹ bekannt. Diese Additive vermögen aufgrund ihrer hohen Grenzviskosität das Fadenzieh- und/oder das Haftvermögen von Ölen und/oder Fetten zu verbessern.

Im Rahmen der vorliegenden Erfindung galt es jedoch nicht das Fadenziehund/oder Haftvermögen der Schmälzmittel mit den Fettsäuremethylestern zu
erhöhen, sondern deren Viskosität. Demnach war es eine weitere Aufgabe der
vorliegenden Erfindung Schmälzmittel auf Basis von Fettsäuremethylestern
mit Viskositäten bereitzustellen, die im Bereich der Viskositäten von mineralölbasierten Schmälzmitteln liegen. Dies gelang durch Zusatz von Homound/oder Mischpolymeren von Estern der Acrylsäure und/oder Methacrylsäure
mit Grenzviskositäten [eta] unter 400 ml·g⁻¹ in Mengen von 0,05 bis 10
Gew.-% – bezogen auf Schmälzmittel – in besonderem Maße.

Ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind demnach Schmälzmittel für die Streichgarnspinnerei enthaltend

60 bis 90 Gew.-% C8-22-Fettsäuremethylester

5 bis 39,95 Gew.-% Emulgatoren und

0,05 bis 10 Gew.-% Homo- und/oder Mischpolymere von Estern der Acrylsäure und/oder Methacrylsäure mit Grenzviskositäten [eta] unter 400 ml \cdot g $^{-1}$, gemessen bei 20 °C in Tetrahydrofuran und

0 bis 10 Gew.-% Additive.

Die wesentlichen Monomerbausteine der als Viskositätsverbesserer vorgesehenen Polymerverbindungen sind ausgewählte Ester der Acrylsäure und/oder der Methacrylsäure – im folgenden der Einfachheit halber als (Meth)Acrylate bzw. (Meth)Acrylsäureester bezeichnet. Die Alkoholkomponente dieser (Meth)Acrylate leitet sich von geradkettigen und/oder verzweigten monofunktionellen Alkoholen mit 4 bis 18 C-Atomen ab, wobei solche des

C-Kettenbereichs von 6 bis 12 besonders bevorzugt sind wie n-Butyl(meth)acrylat, n-Hexyl(meth)-acrylat, n-Decyl(meth)acrylat und/oder 2-Ethylhexyl(meth)acrylat. Die Polymerverbindungen können Homopolymerisate und/oder Copolymerisate des angegebenen Typs sein, wobei im Bereich der Copolymerisate begrifflich zwei Klassen zu trennen sind. In der ersten Klasse werden unterschiedliche (Meth)Acrylate der angegebenen Definition miteinander copolymerisiert und bilden damit ein Copolymerisat. In der zweiten Klasse sind Copolymerisate solche mit Anteilen an polymerisierbaren Comonomeren, die nicht (Meth)Acrylate sind. Im letzten Fall sind höchstens etwa gleiche Mengenanteile der Comonomeren im Polymermolekül vorhanden. Zweckmäßigerweise liegt in diesem Fall der Comonomergehalt bei höchstens 35 Gew.-% und vorzugsweise bei nicht mehr als 25 Gew.-% - jeweils bezogen auf das Monomergemisch. Vergleichsweise geringe Mengen mit 5 bis 10 Gew.-% der Comonomeren im Polymermolekül können besonders zweckmäßig sein. Geeignete Comonomere der zuletzt genannten Art können beispielsweise Styrol und Styrolderivate wie Alkylstyrole, (Meth)Acrylate von monofunktionellen Alkoholen mit weniger als 4 C-Atomen, Acrylnitril, Vinylester von aliphatischen Carbonsäuren wie Vinylacetat und/oder Vinylester höherer aliphatischer Carbonsäuren mit bis zu 18 C-Atomen, die freien Methacrylsäure oder Acrylsäure, (Meth)Acrylsäureamid oder auch weitere übliche Comonomere sein. Besonders geeignete Polymere sind ausgewählt aus

Copolymerisaten von (Meth)Acrylaten, abgeleitet von Alkoholen mit 6 bis 12 C-Atomen und (Meth)Acrylsäure, wobei die Copolymerisation vorzugsweise im Gewichtsverhältnis von (Meth)Acrylat:(Meth)Acrylsäure im Bereich von 85:15 bis 98,5:1,5 hergestellt worden sind, oder

Copolymerisate von (Meth)acrylat, abgeleitet von Alkoholen mit 6 bis 12 C-Atomen, und Styrol und (Meth)Acrylsäure, wobei die Copolymerisate vorzugsweise im Gewichtsverhältnis (Meth)Acrylat:(Meth)Acrylsäure im Bereich 85:15 bis 98,5:1,5 hergestellt worden sind und 2 bis 25 Gew.-% der (Meth)-Acrylate durch Styrol ersetzt worden war.

ţ

. . .

WO 92/21809 PCT/EP92/01121

- 6 -

Die Herstellung der Polymerverbindungen erfolgt insbesondere durch Emulsionspolymerisation in einem wäßrigen Medium. Bevorzugte Arbeitstemperaturen bei der Polymerisation liegen im Bereich von 70 °C bis 90 °C.

Die zur wäßrigen Emulsionspolymerisation eingesetzte Wasserphase enthält vorzugsweise oberflächenaktive Verbindungen, insbesondere anionische Tenside, zur Begünstigung der Wasserlöslichkeit der an sich weitgehend wasserunlöslichen Monomerverbindungen. Die Menge dieser Tenside kann beispielsweise bis zu 15 Gew.-% - bezogen auf das eingesetzte Monomere bzw. Monomergemisch - ausmachen und liegt zweckmäßigerweise im Bereich von etwa 1 bis 15 Gew.-% und insbesondere im Bereich von etwa 3 bis 10 Gew.-%, bezogen jeweils auf das Monomergewicht. Die oberflächenaktiven Verbindungen können in ihrer Gesamtheit von Anfang an eingesetzt werden, sie können aber auch gewünschtenfalls im Verlaufe der Reaktion dem wäßrigen Medium zugegeben werden. Geeignete anionische Tenside zählen beispielsweise zu den Klassen der Alkyl- bzw. Arylsulfonate, der Alkyl- bzw. Arylsulfate und der Ethersulfate. Geeignete Beispiele sind etwa Fettalkoholsulfate wie Natriumlaurylsulfat oder entsprechende Fettalkoholethersulfate wie das Natriumsalz eines $C_{12/14}$ -Fettalkohol \cdot 4 EO-Sulfats. Andere geeignete anionische Emulgatoren sind Alkylbenzolsulfonate, Alkylphenolsulfate bzw. Alkylphenolethersulfate. Eine wichtige Emulgatorenklasse sind Sulfobernsteinsäurederivate beispielsweise Dialkylsulfosuccinate oder Sulfosuccinate von alkoxylierten inbesondere ethoxylierten Alkanolen insbesondere Fettalkoholen.

Wichtig ist, daß die Reaktanten und das Reaktionssystem in adäquater Weise Sauerstoff-frei gehalten werden. Durch Spülung mit Inertgas und Durchführung der Polymerisationsreaktion unter Inertgas wird diese Bedingung in an sich bekannter Weist erfüllt. Geeignete Polymerisationskatalysatoren sind beispielsweise Ammoniumpersulfat oder Kaliumpersulfat. Bevorzugte Mengen des Katalysators liegen im Bereich von etwa 0,05 bis 0,8

Gew.-%, insbesondere im Bereich von etwa 0,1 bis 0,3 Gew.-% – bezogen auf eingesetzte Monomere.

Nach dem Verfahren der wäßrigen Emulsionspolymerisation fallen die Polymere direkt als wäßrige Emulsion an, die in dieser Form im Schmälzmittel eingesetzt werden können. Die Mengenangaben an Polymer ist stets auf Aktivsubstanzgehalt an Polymer der Emulsion bezogen, wenn keine anderen Angaben gemacht wurden.

Für den beabsichtigten Anwendungszweck dürfen die (Meth)Acrylathomo- oder copolymerisate keine zu hohe Grenzviskosität aufweisen, da ansonsten ein Fadenzug beobachtet wird und derartige Polymere nicht mehr in Wasser emulgiert werden können. Die Höchstgrenze der Grenzviskosität liegt bei 40Q, vorzugsweise 300 und insbesondere bei 250 ml g $^{-1}$, gemessen bei 20 °C in Tetrahydrofuran. Auf der anderen Seite sollte die Grenzviskosität [eta] über 50 und insbesondere über 150 ml g $^{-1}$, bestimmt nach angegebener Methode, betragen, damit in den angegebenen niederen Mengen eine Viskositätserhöhung bemerkbar ist.

Die angegebenen Grenzviskositätszahlen [eta] sind fachüblich, vergleiche hierzu Vollmert "Grundriß der makromolekularen Chemie" Band III, Seiten 55-61, Karlsruhe 1982.

Die erfindungsgemäßen Schmälzmittel werden auf an sich bekannte Weise hergestellt, indem die angegebenen Bestandteile in den angegebenen Mengen bei Temperaturen zwischen 18 und 25 °C miteinander in beliebiger Reihenfolge gemischt werden. Die Polymere werden in Form ihrer wäßrigen Emulsionen eingesetzt, in der Regel als 10 bis 40 gew.-%ige Emulsionen an Aktivsubstanz.

- 8 -

Weiterer Erfindungsgegenstand ist ein Verfahren zum Schmälzen von Textilfasern zur Herstellung von Streichgarnen, welches dadurch gekennzeichnet ist, daß die Textilfasern mit einer wäßrigen Emulsion behandelt werden, die einen Aktivsubstanzgehalt – bezogen auf das Fasergewicht – von 1 bis 6, vorzugsweise 2 bis 4 Gew.-% Schmälzmittel enthält.

Die wäßrige Emulsion wird bei Temperaturen zwischen 18 und 25 °C, vorzugsweise durch Sprühen auf die Textilfasern appliziert. Besonders günstig ist es, die Emulsion 6 bis 10 Stunden auf die Fasern einwirken zu lassen, bevor die Fasern gekrempelt und versponnen werden. Einzelheiten zur Behandlung von Fasern für die Herstellung von Streichgarnen ist dem Artikel "Neue Aspekte des Avivierens in der Streichgarnspinnerei" von Dr. Veitenhansl et. al. in "textil praxis international", August 1984, Seiten 748 bis 758 zu entnehmen.

Die wäßrige Emulsion wird in an sich bekannter Weise hergestellt, indem das Schmälzmittel auf Fettsäuremethylesterbasis mit Wasser bei Temperaturen zwischen 18 und 25 °C gemischt wird.

Als Textilfasern eignen sich Textilfasern natürlichen und/oder synthetischen Ursprungs, beispielsweise Wolle, Polyester oder Wolle/Polyester Mischungen. Die gegebenenfalls gefärbten Textilfasern liegen als Flocke vor.

Ein Schmälzmittel auf Fettsäuremethylesterbasis hat auf Textilfasern ein hervorragendes Spreitvermögen. Während der Streichgarnherstellung, insbesondere während des Krempel- und Spinnprozesses ist sowohl die Reibung einzelner Fasern untereinander als auch die Reibung zwischen Fasern und den Metalloberflächen optimal. Die hergestellten Streichgarne besitzen eine hohe Reißfestigkeit und eine gute Gleichmäßigkeit.

Beispie le

Bestimmung des Spreitvermögens

Auf ungefärbtes, mit Ethanol/Petrolether extrahiertes Wollgewebe (230 g/m) wurden 2 g

- A) Talgfettsäuremethylester
- B) Schmälzmittel aus
 - 73,4 Gew.-% Talgfettsäuremethylester
 - 4,2 Gew.-% C16/18-Fettalkohol · 5 Mol Ethylenoxid
 - 2,5 Gew.-% $C_{12/14}$ -Fettalkohol \cdot 2 Mol Ethylenoxid
 - 3,4 Gew.-% Kokosfettsäurediethanolamid
 - 5,8 Gew.-% Ölsäure · 25 Mol Ethylenoxid
 - 5,8 Gew.-% Phosphorsäureester von 2-Ethylhexanol · 2 Mol Ethylenoxid, Kaliumsalz
 - 0,4 Gew.-% 40 gew.-%ige Kalilauge
 - 0,4 Gew.-% Konservierungsmittel (Mergal K11; Riedel de Häen) und
 - 4,1 Gew.-% Wasser.

Viskosität nach Ubbelohde gemäß DGF C-IV-7 bei 25 °C = 6 mm^2s^{-1}

C) Schmälzmittel analog B, jedoch mit lediglich 70,9 Gew.-% Talgfettsäuremethylester und zusätzlich 2,5 Gew.-% einer 30 gew-%igen wäßrigen Emulsion eines Polymers aus 80 Gew.-% Ethylhexylacrylat, 15 Gew.-% Styrol
und 5 Gew.-% Methacrylsäure (= Polymer 1 aus Tabelle III).

Viskosität nach Ubbelohde gemäß DGF C-IV-7 bei 25 °C = 50 mm^2s^{-1} .

- D) Stearinsäure-isobutylester,
- E) Stearinsäure-2-ethylhexylester, die mit einem öllöslichen Farbstoff (Sudannot 7 B) angefärbt war, gegeben.

Anschließend wurde das Spreitvermögen des Fettsäureesters auf dem Wollgewebe im Normklima (20 °C, 65~% relative Feuchte) bestimmt. Als Maß für das

Spreitvermögen wurde der Durchmesser der benetzten Fläche nach einer bestimmten Zeit herangezogen. Die Ergebnisse sind in der nachfolgenden Tabelle I zusammengefaßt (je größer die benetzte Fläche ist, um so besser ist das Spreitvermögen).

Tabelle I: Spreitvermögen

Beispiel	Durchmesser in mm ² der benetzten Flä nach		
	1 Minute	3 Minuten	5 Minuten
A	38	50	56
В	35	48	55 ;
С	35	45	53
D	32	40	43
Ε	28	40	43

Aus Tabelle I ist ersichtlich, daß der reine Methylester (A), das Schmälzmittel mit ausschließlich Methylester (B) und das mit Polymeren verdickte Schmälzmittel (C) besseres Spreitvermögen haben als die aus dem Stand der Technik bekannten Fettsäureester mit anderen Alkoholresten (D, E).

Anwendungsbeispiel

Auf 500 kg gefärbter, getrockneter, nicht avivierter Wollflocke wurden 20 kg eines Schmälzmittels mit der Zusammensetzung C in Form einer wäßrigen Emulsion (20 kg Schmälzmittel in 80 kg Wasser) durch Sprühen aufgebracht.

Nach einer Einwirkzeit von 7 Stunden wurde die Wollflocke in bekannter Weise zu Streichgarn Nm 7 verarbeitet.

. . .

Zum Vergleich wurde unter den genannten Bedingungen Wollflocke mit einem Schmälzmittel behandelt, das anstelle von 70,9 Gew.-% Talgfettsäuremethylester und 2,5 g Polymeremulsion 73,4 Gew.-% Stearinsäure-isobutylester oder 73,4 Gew.-% Stearinsäure-2-ethylhexylether enthielt.

Die elektrostatische Aufladung der behandelten Wollflocke wurde am Ausgang der Krempel mit einem Feldstärkemeßgerät der Firma Eltex nach der Induktionsstrommethode (Meßabstand 100 mm) gemessen.

Die Messungen der Garnreißfestigkeit (cN/tex) und der Dehnung (%) wurden mit einem Statimat M der Firma Textechno im Normklima (20 °C, 65 % relative Feuchte) durchgeführt.

Die Garnungleichmäßigkeit des Streichgarns wurde mit einem Uster Tester III der Firma Zellweger-Uster im Normklima (20 °C, 65 % relative Feuchte) gemessen.

Die Ergebnisse sind in der nachfolgenden Tabelle II zusammengefaßt:

Tabelle II

Schmälzmittel, enthaltend als Fettsäureester	elektro- statische Aufladung KV/m	Garnreiß- festig- keit cN/tex	Dehnung %	Garnungleich- mäßigkeit %
Talgfettsäure- methylester	-5	0,46	16,3	12,5
zum Vergleich: Stearinsäure- isobutylester	-4	0,38	17,0	13,0
Stearinsäure- 2-ethylhexyl- ester	-5	0,40	14,8	14,2

Anstelle des in Schmälzmittels C eingesetzten Polymers können auch folgende (siehe Tabelle 3) eingesetzt werden. Sie liefern ein Spreitvermögen und in den Anwendungstest vergleichbare Ergebnisse. Die Polymere wurden hergestellt, indem man in einem Dreihalskolben versehen mit Rührer, Rückflußkühler, Tropfrichter 690 g demineralisiertes Wasser, 10 g Diethylhexylsulfosuccinat-Natriumsalz (als 75 %ige wäßrige Lösung) und 0,2 g Ammoniumperoxodisulfat vorlegte und auf 80 °C erhitzte. Dazu wurden 300 g der Monomerenmischung gemäß Tabelle III zugegeben und eine Stunde bei 80 °C nachgerührt.

Man erhielt feinteilige wäßrige Polymer-Emulsionen.

Die Grenzviskositäten der Polymeren wurden in Tetrahydrofuran bei 20 °C bestimmt.

Tabelle III: Polymere und Grenzviskosität [eta]

	Zusammensetzung in Gew%	Grenzviskosität in THF bei 20 °C
1	80 Ethylhexylacrylat 15 Styrol 5 Methacrylsäure	180
2	90 n-Butylacrylat 10 Methacrylsäure	350
3	97,5 Ethylhexylmethacrylat 2,5 Methacrylsäure	240
4	65 Ethylhexylmethacrylat 30 n-Decylmethacrylat 5 Methacrylsäure	200
5	40 Ethylhexylacrylat 50 n-Butylacrylat 10 Acrylsäure	170

Patentansprüche

- 1. Verwendung eines oder mehrerer C_{8-22} -Fettsäuremethylester als Glättemittel in Schmälzmittel für die Streichgarnspinnerei.
- 2. Verwendung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß ungesättigte und/oder gesättigte C_{12-22} -Fettsäuremethylester verwendet werden.
- 3. Verwendung nach einem der Ansprüche 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Fettsäuremethylester in Mengen von 50 bis 95, vorzugsweise 60 bis 90 Gew.-% bezogen auf Schmälzmittel verwendet werden.
- 4. Verwendung nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Fettsäuremethylester in Mischung mit Emulgatoren, Additiven und Viskositätsverbesserer verwendet werden.
- 5. Verwendung nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Fettsäuremethylester in Mischung mit 0,05 bis 10 Gew.-% bezogen auf Schmälzmittel Homo- und/oder Mischpolymeren von Estern der Acrylsäure und/oder Methacrylsäure mit Grenzviskositäten [eta] unter 400 ml g⁻¹, gemessen bei 20 °C in Tetrahydrofuran, verwendet werden.
- 6. Schmälzmittel für die Streichgarnspinnerei enthaltend
 - 60 bis 90 Gew.-% C8-22-Fettsäuremethylester
 - 5 bis 39,95 Gew.-% Emulgatoren und
 - 0,05 bis 10 Gew.-% Homo- und/oder Mischcopolymere von Estern der

Acrylsäure und/oder Methacrylsäure mit Grenzviskositäten [eta] unter 400 ml g $^{-1}$, gemessen bei 20 °C in Tetrahydrofuran, und

0 bis 10 Gew.-% Additive.

- 7. Schmälzmittel nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Alkoholkomponente der (Meth)Acrylsäureester sich von geradkettigen und/oder verzweigten monofunktionellen Alkoholen mit 4 bis 18, vorzugsweise 6 bis 12 C-Atomen, ableiten.
- 8. Schmälzmittel nach einem der Ansprüche 6 oder 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Mischpolymerisate der (Meth)Acrylsäureester bis 35, vorzugsweise bis 25 und insbesondere 5 bis 10 Gew.-% bezogen auf Monogmergemisch polymerisierbare Comonomere enthalten.
- 9. Schmälzmittel nach einem der Ansprüche 6 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß die Mischpolymerisate Copolymerisate von (Meth)Acrylsäureester von Alkoholen mit 6 bis 12 C-Atomen und (Meth)Acrylsäure oder (Meth)Acrylsäureester von Alkoholen mit 6 bis 12 C-Atomen, (Meth)-Acrylsäure und Styrol sind.
- 10. Schmälzmittel nach einem der Ansprüche 6 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß die (Meth)Acrylsäureester Grenzviskositäten [eta] unter 300, vorzugsweise unter 250 und bevorzugt über 50 und insbesondere über 150 ml $\rm g^{-1}$ bei 20 °C in Tetrahydrofuran, aufweisen.
- 11. Verfahren zum Schmälzen von Textilfasern zur Herstellung von Streichgarnen, dadurch gekennzeichnet, daß die Textilfasern mit einer wäßrigen Emulsion behandelt werden, die einen Aktivsubstanzgehalt bezogen auf das Fasergewicht von 1 bis 6 Gew.-% Schmälzmittel nach einem der Ansprüche 6 bis 10 enthält.

WO 92/21809 PCT/EP92/01121

- 16 -

12. Verfahren nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, daß die wäßrige Emulsion auf die Textilfasern gesprüht wird.

Interactional application No.
PCT/EP 92/01121

A. CLA	SSIFICATION OF SUBJECT MATTER			
Int.C	1. D06M 15/263 D06M 13/224			
	to International Patent Classification (IPC) or to bo	th national classification and IPC		
B. FIEL	DS SEARCHED			
Minimum do	ocumentation searched (classification system followed	by classification symbols)		
Int.C	1 ⁵ C10M D06M			
Documentati	ion searched other than minimum documentation to the	e extent that such documents are included in the	he fields searched	
Electronic da	ta base consulted during the international search (nam	e of data base and, where practicable, search	terms used)	
C. DOCU	MENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT			
Category*	Citation of document, with indication, where	appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.	
х	DE, C, 3936975 (TUDAPETROL 1991 see the whole (cit		1-12	
А	FR , A, 1276531 (THE CHEMTRAND CORP.) 1961 see the whole			
A	GB, A, 680220 (SCHOU) 1 Oct	ober 1952 see the whole	1	
	·	·		
Further	documents are listed in the continuation of Box C.	See patent family annex.	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	
Special ce "A" document to be of p "E" earlier do: "L" document cited to e special re: "O" document means "P" document	ategories of cited documents: It defining the general state of the art which is not considered articular relevance cument but published on or after the international filing date It which may throw doubts on priority claim(s) or which is satablish the publication date of another citation or other ason (as specified) It referring to an oral disclosure, use, exhibition or other is published prior to the international filing date but later than ty date claimed	"T" later document published after the intern date and not in conflict with the application the principle or theory underlying the interpretation of particular relevance; the considered novel or cannot be considered novel or cannot be considered to compare the considered novel or cannot be considered to involve an inventive seconsidered to involve an inventive seconsidered with one or more other such distributions.	ation but cited to understand invention claimed invention cannot be cred to involve an inventive claimed invention cannot be step when the document is ocuments, such combination cart	
	tual completion of the international search	Date of mailing of the international search		
	tember 1992 (07.09.92)	2 October 1992 (02.10.92)	•	
	iling address of the ISA/ AN PATENT OFFICE	Authorized officer		
Facsimile No.		Telephone No.		
orm PCT/ISA	/210 (second sheet) (July 1992)	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·		



EP 9201121 59974 SA

This annex lists the patent family members relating to the patent documents cited in the above-mentioned international search report. The members are as contained in the European Patent Office EDP file on 23/09/92

The European Patent Office is in no way liable for these particulars which are merely given for the purpose of information.

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)		Publication date
DE-C- 3936975	24-01-91	None		
FR-A- 1276531		BE-A- CH-A- DE-B- GB-A- NL-C- NL-A-	598467 383324 1174290 920621 126453 259214	
GB-A- 680220		NL-B-	140244	

For more details about this annex : see Official Journal of the European Patent Office, No. 12/82

TATERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

I VI ACCITIV	TION DEC 117		Internationales Akte	PCT.	/EP 92/01121
Nach der Inter	Tationalan Basasalah	ELDUNGSG NSTANDS (bei r	nebreren Klassifikationssymbolen sind	alie anzugeben)	0
Int.Cl.5	Dationalen Patentki	assifikation (IPC) oder nach der na D 06 M 15/263	tionalen Klassifikation und der IPC D 06-M 13/224		
		20, 200	D 00 H 15/224		
II. RECHERCH	LIERTE SACHGEB	IETE			
			ierter Mindestprüfstoff 7		
Klassifikations	sytem	Reduction	Klassifikationssymbole		
Int.Cl.5			22 23 Marious Symbole	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	
Int.CI.5		C 10 M	D 06 M		
	R	echerchierte nicht zum Mindestprüf	stoff gehörende Veröffentlichungen, s	oweit diese	
		unter die recher	chierten Sachgebiete fallen 8	The true	
II. EINSCHLAG	GIGE VEROFFENT	TICHINCEN 9			
			ch unter Angabe der maßgeblichen Te		
		, sowert erforderni	en unter Angabe der maligeblichen Te	ile ¹²	Betr. Anspruch N
(DE,C,393	6975 (TUDAPETROL	NILS	i	1 10
	HANSEN)	24. Januar 1991. s	iehe Insgesamt (in c	ier	1-12
	Anmeldun	g erwähnt)			
	FR,A,127	276531 (THE CHEMSTRAND CORP.)			1
	1961, si	ehe Insgesamt	e Insgesamt		
	CP 4 60	0220 (60000) 4 6			
	1952. si	580220 (SCHOU) 1. Oktober siehe Insgesamt			1
	- ,				
^o Besondere <u>Kat</u>	egorien von angegeb	enen Veröffentlichungen 10 :			
deniment, a	Der Dicht als Desond	meinen Stand der Technik ers bedeutsam anzusehen ist	"T" Spätere Veröffentlichung, di	ie nach dem inter	nationalen An-
'E" älteres Dok	ument, das jedoch e imeldedatum veröffe	ert om oder noch dem teres	ist und mit der Armeidung	niatsoatum veroff	entlicht worden
L" Veröffentlic	hung, die geeignes i	st, einen Prioritätsanspruch , oder durch die das Veröf-	Verständnis des der Erfindu oder der ihr zugrundeliegen	gen Incorie ange	geben ist
Dannten Ver	röffentlichung helem	n im Recherchenbericht ge-	"X" Veröffentlichung von besond te Erfindung kann nicht als keit beruhend betrachtet wei	Dell Oder anfarf	die beanspruch- inderischer Tätig-
-macret bes	ougeren Grand Still	Repett 157 (Mie 2020eführt)	"Y" Veröffentlichung von besond	erer Redeum	die beanspruch-
zine Benutz bezieht	ung, die sich auf e ung, eine Ausstellus	eine mündliche Offenbarung, ng oder andere Maßnahmen	Puband heterophet marries at	aut ertinderische	r Tätigkeit be-
P Veröffentlic	hung, die vor dem it	nternationalen Anmeldeda-	einer oder menreren anderen gorie in Verbindung gebrach einen Fachmann naheliegen	asaih huil bulw I	gen dieser Kate- Verbindung für
licht worden	acu dem bestizbilicu	ten Prioritätsdatum veröffent-	"&" Veröffentlichung, die Mitglie		entfamilie ist
BESCHEINIGU	INC		-		
	es der international	en Pacherche			
			Absendedatum des internation	alen Recherchen	berichts
	07-09-1992		2.10.02		
nationale Recher	chenbehörde		Unterschrift des bevollmächtig	gten Bediensteter	
	EUROPAISCH	ES PATENTAMT	W. HELLEMANS		-

Formblatt PCT/ISA/210 (Biatt 2) (Januar 1985)



EP 9201121

59974

In diesem Anhang sind die Mitglieder der Patentfamilien der im obengenannten internationalen Recherchenbericht angeführten Patentdokumente angegeben.

Patentdokumente angegeben. Die Angaben über die Familienmitglieder entsprechen dem Stand der Datei des Europäischen Patentamts am 23/09/92 Diese Angaben dienen aur zur Unterrichtung und erfolgen ohne Gewähr.

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie		Datum der Veröffentlichung
DE-C- 3936975	24-01-91	Keine		
FR-A- 1276531		BE-A- CH-A- DE-B- GB-A- NL-C- NL-A-	598467 383324 1174290 920621 126453 259214	
GB-A- 680220	, , , , , , , , , , , , , , , , , , , 	NL-B-	140244	

Für nähere Einzelheiten zu diesem Anhang : siehe Amtsblatt des Europäischen Patentamts, Nr.12/82